

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-104847

(P2003-104847A)

(43) 公開日 平成15年4月9日 (2003.4.9)

| (51) Int.Cl. <sup>7</sup>     | 識別記号 | F I          | キーワード (参考) |
|-------------------------------|------|--------------|------------|
| A 6 1 K 7/06                  |      | A 6 1 K 7/06 | 4 C 0 8 3  |
| 7/075                         |      | 7/075        |            |
| 7/08                          |      | 7/08         |            |
| 7/09                          |      | 7/09         |            |
| 7/13                          |      | 7/13         |            |
| 審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 17 頁) |      |              |            |

(21) 出願番号 特願2001-299941 (P2001-299941)

(22) 出願日 平成13年9月28日 (2001.9.28)

(71) 出願人 000147213

株式会社成和化成

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号

(72) 発明者 吉岡 正人

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内

(72) 発明者 植原 計一

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内

(72) 発明者 安達 敬

大阪府東大阪市布市町1丁目2番14号 株式会社成和化成内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 毛髪化粧料

(57) 【要約】

【課題】 毛髪への取着性に優れ、毛髪表面をなめらかにして櫛通り性を改善し、潤いを付与し、毛髪セッ  
力、枝毛防止作用に優れた毛髪化粧料を提供する。

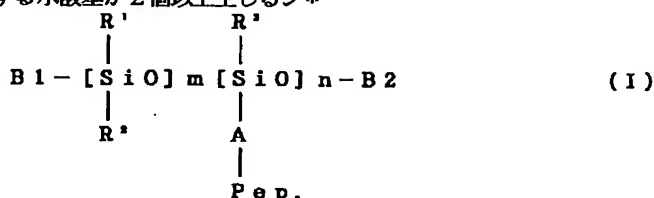
【解決手段】 ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドの一種以上と、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシリコン化合物の一種以上とを縮重合させて得られるシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物を含有させて毛髪化粧料を構成する。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドの一種以上と、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシ\*



〔式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$  は、炭素数1～18のアルキル基、フェニル基、水酸基及び炭素数1～4のアルコキシ基から選ばれる有機基を示し、互いに同一でも異なってもよく、B1は、 $\text{R}^4 \text{R}^5 \text{R}^6 \text{SiO}-$ 基 ( $\text{R}^4 \sim \text{R}^6$  は、炭素数1～18のアルキル基、フェニル基、水酸基、及び炭素数1～4のアルコキシ基から選ばれる有機基であり、互いに同一でも異なってもよい)、水酸基、炭素数1～18のアルキル基及びフェニル基から選ばれる有機基であり、B2は、水素原子又は $\text{R}^{19} \text{R}^{20} \text{R}^{21} \text{Si}-$ 基 ( $\text{R}^{19} \sim \text{R}^{21}$  は、炭素数1～18のアルキル基、フェニル基、水酸基及び炭素数1～4のアルコキシ基から選ばれる有機基であり、互いに同一でも異なってもよい) であり、B1が $\text{R}^4 \text{R}^5 \text{R}^6 \text{SiO}-$ 基、炭素数1～18のアルキル基又はフェニル基の場合、B2は水素原子であるか、及び/又は $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ 、 $\text{R}^4 \sim \text{R}^6$  及び $\text{R}^{19} \sim \text{R}^{21}$  の中の少なくとも1個は水酸基であり、Aは、 $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-\text{CH}_2 \text{OCH}_2 \text{CH}(\text{OH}) \text{CH}_2-$  及び  $-(\text{CH}_2)_3 \text{OCH}_2 \text{CH}(\text{OH}) \text{CH}_2-$  よりなる群から選ばれる少なくとも一種の結合基を示し、Pep. は、 $-(\text{NH}-\text{CH}(\text{R}^7)-\text{CO})_p \text{OH}$  で表されるペプチドを示し ( $\text{R}^7$  はアミノ酸側鎖を示し、pは1から20の数を示す)、m及びnは、1化合物内に含まれる $-\text{R}^1 \text{R}^2 \text{SiO}-$ 基及び $-\text{R}^3 (\text{A}-\text{Pep.}) \text{SiO}-$ 基の数をそれぞれ表し、mは0～10、nは3以上10以下であるが、B1が $\text{R}^4 \text{R}^5 \text{R}^6 \text{SiO}-$ 基でなくかつB2が $\text{R}^{19} \text{R}^{20} \text{R}^{21} \text{Si}-$ 基でない場合は、mは1以上である〕で表されるシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物を含有することを特徴とする毛髪化粧料。

【請求項2】 一般式(I)で表されるシリコン化ペ\*

\*シリコン化合物の一種以上を縮重合させて得られる平均的一般式(I)

【化1】

※アチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物の含有量が0.01～20重量%である請求項1記載の毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、毛髪化粧料に関するものである。さらに詳しくは、ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドの一種以上と、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシリコン化合物の一種以上とを縮重合させて得られるシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物を含有し、毛髪に対してなめらかさと保湿性を付与し、べたつきが少なく、サッパリした使用感を与えると共に、艶、ハリを付与し、しなやかなセット力を有し、かつ枝毛防止効果に優れた毛髪化粧料に関するものである。

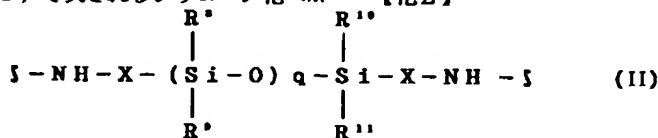
【0002】

【従来の技術】従来、種々の化粧品に、シリコン化合物とポリペプチド類の混合物が使用されてきた。しかしながら、この混合物は、化粧品処方への溶解性や、洗い流す化粧品での毛髪や皮膚への収着性、潤滑性の付与作用については満足できるものではなく、その改善が求められていた。従来技術のこのような問題点を改善するものとして、シリコン化合物とポリペプチドを共有結合させたものが検討されている。

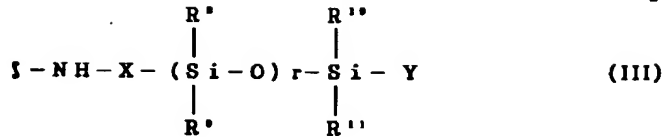
【0003】例えば、特開平5-148119号公報には、プロテイン-シリコン共重合体が記載されている。そして、その代表的な構造式として、下式(II)および(III)が記載されている。

40 【0004】

【化2】



【化3】

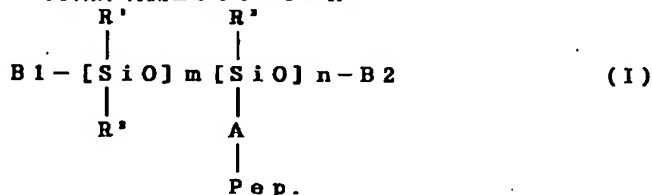


〔式中、 $\text{R}^9 \sim \text{R}^{11}$ はメチル基又は水酸基を示し、 $\text{X}$ は結合基を示し、 $\text{Y}$ は水酸基又は $\text{X}-\text{OH}$ を示し、 $\text{I}$ はプロテイン鎖を示す。〕

【0005】これらは、プロテインと有機機能シリコンを反応させたものであり、1段階の反応で得られるものである。そして、得られたプロテイン-シリコン共重合体の化学構造は複雑であり、明確な1つの構造式に限定されるものではないが、前記公報には、当該プロテイン-シリコン共重合体のシリコン成分はシリコンが交叉結合又はプロテインの終末基のみに結合するので、上記一般式(II)及び一般式(III)に示す簡単な構造で示されると記載されている。即ち、分子内にペプチドを1個、あるいは2個含んでいるのみであり、かつ、反応方法から考えるとペプチドに対してシリコン部を大きくすることが難しく、この共重合体は、例えば、毛髪に対する伸展性、親水性やなめらかさ、櫛通り性などを十分に発揮することが難しいと考えられる。

【0006】又、特開2000-143797号公報にはポリペプチド-ポリシロキサン-コポリマーが記載されている。本公報にはシリコン部の伸展性、櫛通り性などの特徴をより出そうという試みもなされており、櫛通り性などはかなり改善されている。しかしながら、シリコン部(ポリシロキサン部)が全て炭素数1~4のアルキル基からなっており、水酸基がなく、毛髪に対するセット力が必ずしも充分でない。また、実施例では、ポリペプチド部は、グルタミン酸、アスパラギン酸などのアミノ酸を出発原料として熱重合によりポリペプチドを得ており、コスト面で高く、必ずしも汎用的ではないと推定される。又、これらは、天然の動植物由来のタンパク質を加水分解したものとはアミノ酸構成が異なるので、その性質、特に、潤い、セット力では天然の動植物由来のタンパク質を加水分解したペプチドを用いたものとは異なるものになると考えられる。

【0007】さらに、特開平11-286550号公報、特開2000-7785号公報、特開2000-0\*40



〔式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、炭素数1~18のアルキル基、フェニル基、水酸基及び炭素数1~4のアルコキシ基から選ばれる有機基を示し、互いに同一でも異なってもよく、 $\text{B1}$ は、 $\text{R}^4 \text{ R}^5 \text{ R}^6 \text{ SiO}-$ 基( $\text{R}^4 \sim \text{R}^6$  ※50

\*44444号公報、特開2001-48775号公報では、構造式は明示されていないが、シリル化ペプチドにシラン化合物を縮重合させて得られたシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が記載されている。これら公報に記載のシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物では、シリコン数及びペプチド重合度の範囲が広い。シリコン数の多い化合物では水溶性が低下し、保湿能や枝毛防止効果が弱く、ペプチド数(重合度)が大きいと、反応性が低下し、製造しにくいなどの製造上の課題があるとともに、水溶液の粘性が高くなり、かつ使用感触的にベタツクという問題があった。

【0008】

〔発明が解決しようとする課題〕本発明は、上記のような従来技術の問題点を解決し、毛髪表面をなめらかにして櫛通り性を改善し、潤いを付与し、毛髪セット力、枝毛防止作用に優れた毛髪化粧料を提供することを目的とする。本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドの一種以上と、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシリコン化合物の一種以上とを縮重合させて得られる特定構造のシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物を毛髪化粧料に配合する時には、毛髪表面をなめらかにして櫛通り性を改善し、潤いを付与し、セット力も付与し、かつ枝毛防止作用に優れた毛髪化粧料が得られることを見だし、本発明を完成するにいたった。

【0009】

〔課題を解決するための手段〕すなわち本発明は、ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドの一種以上と、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシリコン化合物の一種以上を縮重合させて得られる平均的一般式(I)

〔化4〕

※は、炭素数1~18のアルキル基、フェニル基、水酸基、及び炭素数1~4のアルコキシ基から選ばれる有機基であり、互いに同一でも異なってもよい)、水酸基、炭素数1~18のアルキル基及びフェニル基から選

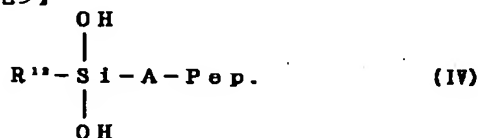
ばれる有機基であり、B2は、水素原子又は $R^{19}R^{20}R^{21}Si$ -基( $R^{19}\sim R^{21}$ は、炭素数1~18のアルキル基、フェニル基、水酸基及び炭素数1~4のアルコキシ基から選ばれる有機基であり、互いに同一でも異なってもよい)であり、B1が $R^4 R^5 R^6 SiO$ -基、炭素数1~18のアルキル基又はフェニル基の場合、B2は水素原子であるか、及び/又は $R^1\sim R^3$ 、 $R^4\sim R^6$ 及び $R^{19}\sim R^{21}$ の中の少なくとも1個は水酸基であり、Aは、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-CH_2OCH_2CH(OH)CH_2-$ 及び $-(CH_2)_3OCH_2CH(OH)CH_2-$ よりなる群から選ばれる少なくとも一種の結合基を示し、Pep. は、 $-[NH-CH(R^7)-CO]_pOH$ で表されるペプチドを示し( $R^7$ はアミノ酸側鎖を示し、pは1から20の数を示す)、m及びnは、1化合物内に含まれる $-R^1 R^2 SiO$ -基及び $-R^3 (A-Pep.) SiO$ -基の数をそれぞれ表し、mは0~10、nは3以上10以下であるが、B1が、 $R^4 R^5 R^6 SiO$ -基でなくかつB2が $R^{19}R^{20}R^{21}Si$ -基でない場合は、mは1以上である)で表されるシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物を含有することを特徴とする毛髪化粧料を提供するものである。

#### 【0010】

【発明の実施の形態】本発明の毛髪化粧料は、平均的一般式(I)で表されるシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物を含有する。この平均的一般式(I)で表されるシリコン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合体組成物は、(a)ケイ素原子に直接する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドの一種以上と、(b)加水分解によってケイ素原子に直接する水酸基が2個以上生じるシリコン化合物の一種以上とを縮重合させて得られる。ここで、(a)ケイ素原子に直接する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドとしては、ケイ素原子に直接する水酸基を2個以上有するもの、すなわち、下記平均的一般式(IV)

#### 【0011】

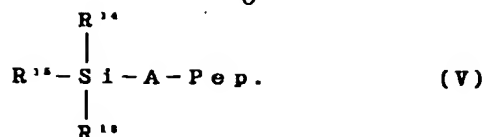
#### 【化5】



〔式中、 $R^{12}$ は、炭素数1~18のアルキル基、フェニル基及び水酸基から選ばれる有機基を示し、A及びPep.は上記と同じ意味を表す〕で表されるものと、下記

#### 【0012】

#### 【化6】



〔式中、 $R^{14}\sim R^{16}$ は、炭素数1~18のアルキル基、フェニル基、水酸基、水素原子、ハロゲン原子及び炭素数1~4のアルコキシ基から選ばれる基を示し、互いに同一でも異なってもよいが、 $R^{14}\sim R^{16}$ のうち2個以上はアルコキシ基又はハロゲン原子であり、A及びPep.は上記と同じ意味を表す〕で表されるシリコン化合物を加水分解して得られるものがある。

【0013】平均的一般式(IV)及び平均的一般式(V)中、A及びPep.は上記式(I)中と同じ意味を表す。すなわち、Aは、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2OCH_2CH(OH)CH_2-)$ 及び $-(CH_2)_3OCH_2CH(OH)CH_2-$ よりなる群から選ばれる少なくとも一種の結合基を示し、そしてPep. は、 $-[NH-CH(R^7)-CO]_pOH$ で表されるペプチドを示し、 $R^7$ はアミノ酸側鎖を示し、pは1から20の数を示す。1分子内のPep. は、平均でp個の $R^7$ (アミノ酸側鎖)を有するが、これらは互いに同一でもよく異なってもよい。このペプチド部分が、後述するような加水分解ペプチドである場合は、 $R^7$ として種々のアミノ酸側鎖が1分子内に含有される。

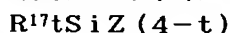
【0014】又、Pep.中のアミノ酸単位の数を表すpは、1~20、好ましくは1より大きく15以下、より好ましくは1より大きく10以下である。pが上記範囲より大きくなると、ペプチドとしての毛髪への浸透性が低分子量のペプチドに比べて減少する上に、保存中に凝集しやすくなる。なお、(a)ケイ素原子に直接する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドは、ペプチド部分が後述するような加水分解ペプチドである場合は、分子量の異なる種々の加水分解ペプチドを有する化合物の混合物である。すなわち、1分子中のアミノ酸単位の数異なるものを種々含むので、pは、これらのアミノ酸単位の数

【0015】上記平均的一般式(IV)で表されるシリル化ペプチドに使用されるペプチド類にはアミノ酸、ペプチドなどが含まれる。アミノ酸としては、例えば、アラニン、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、プロリン、フェニルアラニン、チロシン、セリン、トレオニン、メチオニン、アルギニン、ヒスチジン、リシン、アスパラギン、アスパラギン酸、グルタミン、グルタミン酸、シスチン、システイン、システイン酸、トリプトファン、ヒドロキシプロリン、ヒドロキシリシン、O-ホスホセリン、シトルリンなどが挙げられる。

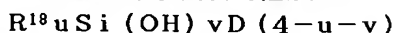
【0016】又、ペプチドとしては、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質を酸、アルカリ、酵素またはそ

これらの併用で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどが挙げられる。天然ペプチドとしては、例えば、グルタチオン、インシュリン、グルカゴン、オキシトリン、バソプレシンなどが挙げられる。

【0017】加水分解ペプチドとしては、例えば、コラーゲン（その変性物であるゼラチンも含む）、セラチン、絹フィブロイン（シルク）、セリシン、カゼイン、コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄タンパク、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦タンパク、トウモロコシタンパク、米（米糠）タンパク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、あるいは、サッカロミセス属、カンディダ属、エンドミコバシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母といわれる酵母菌より分離した酵母タンパク、キノコ類（担子\*



〔式中、 $t$ は0から2の整数で、 $R^{17}$ は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 $t$ 個の $R^{17}$ は同じでも異なってもよい。( $4-t$ )個の $Z$ は水酸基、アルコキシ基およびハロゲン原子よりなる群から選ばれ※



〔式中、 $u$ は0から2の整数で、 $v$ は2~4の整数、 $u+v \leq 4$ で、 $R^{18}$ は、炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 $u$ 個の $R^{18}$ は同じでもよく、異なってもよい。( $4-u-v$ )個の $D$ はアルコキシ基、水素原子及びシロキシ基よりなる群から選ばれ、少なくとも一種の基である〕で表されるシリコン化合物になる。なお、上記平均的一般式 (VI) および (VII) における  $t$ 、( $4-t$ )、 $u$ 、( $4-u-v$ ) はいずれも下付け文字である。上記平均的一般式 (VI) および (VII) において、 $R^{17}$ 及び $R^{18}$ の、炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基としては、炭素数1~18のアルキル基及びフェニル基が挙げられる。

【0020】このような平均的一般式 (VI) で表されるシリコン化合物の具体例としては、例えば、テトラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルジメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、3-メタクロキシアロビルトリメトキシシラン、3-メタクロキシアロビルメチルジメトキシシラン、3-クロロアロビルトリメトキシシラン、3-クロロアロビルメチルジメトキシシラン、3-グリコシドキシアロビルジメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルジエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、3-クロロアロビルトリエトキシシラン、3-クロロアロビルメチルジエトキシシラン、3-メタクロキシアロビルトリエトキシシラン、3-メタクロキシアロビルメチルジエトキシシラン、3-グリ★50

\*菌)より抽出したタンパク、クロレラより分離したタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカリ、酵素またはそれらの併用で部分的に加水分解して得られるペプチドが挙げられる。

【0018】構造式 (V) で表される化合物は、 $\gamma$ -グリシドキシアロビルメチルジエトキシシランや3-(3'-クロロ-2'-ヒドロキシアロボキシ)アロビルメチルジエトキシシラン等のようなペプチドと結合し得る官能基を有するシリコン化合物と上記のペプチドを反応することにより得られる。

【0019】(b)加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシリコン化合物としては、例えば、下記の平均的一般式 (VI)



※る少なくとも一種の基である〕で表されるシリコン化合物が挙げられ、このシリコン化合物は加水分解によって下記の平均的一般式 (VII)



★コシドキシアロビルメチルジエトキシシラン、メチルトリクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、ビニルトリクロロシラン、3-クロロアロビルメチルジクロロシラン、3-クロロアロビルトリメトキシシラン、3-クロロアロビルメチルジメトキシシラン、3-グリコシドキシアロビルトリメトキシシラン、3-メタクロキシアロビルトリエトキシシラン、3-メタクロキシアロビルメチルジエトキシシラン、3-クロロアロビルトリエトキシシラン、3-クロロアロビルメチルジエトキシシラン、3-グリコシドキシアロビルメチルジエトキシシランなどが挙げられる。

【0021】つぎに、(a)ケイ素原子に直結する水酸基を2個以上有するシリコン化ペプチドと、(b)加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が2個以上生じるシラン化合物との縮重合反応について説明する。その説明にあたり、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が少なくとも2個生じるシリコン化合物としては平均的一般式 (VI) で表されるシリコン化合物を代表させて説明する。

【0022】上記平均的一般式 (IV) で表されるシリコン化ペプチドと平均的一般式 (VI) で表されるシリコン化合物との反応は、例えば、まず、上記平均的一般式 (IV) で表されるシリコン化ペプチドの水溶液を塩酸や硫酸で酸性側に調整するか、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液で塩基性側に調整し、その中に平均的一般式 (VI) で表されるシリコン化合物を滴下することにより、上記シリコン化合物 (VI) のアルコキシ基やハロゲン原子などが加水分解してケイ素原子

に直結する水酸基を少なくとも2個有する平均的一般式(VII)で表されるシリコン化合物になり、その後、前記平均的一般式(IV)で表されるシリコン化ペプチドとが縮重合して共重合組成物が得られる。

【0023】また、平均的一般式(V)で表されるシリコン化ペプチドは、前記のように、加水分解によって平均的一般式(IV)で表されるシリコン化ペプチドになるものであるが、反応に際しては、この平均的一般式(V)で表されるシリコン化ペプチドの水溶液を塩酸や硫酸で酸性側に調整するか、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液で塩基性側に調整すると、シリル基に結合するアルコキシ基やハロゲン原子が加水分解を起こして水酸基になり、平均的一般式(IV)で表されるシリコン化ペプチドになるので、その後は上記と同様にその中に上記平均的一般式(VI)で表されるシリコン化合物を滴下することにより、上記平均的一般式(VI)で表されるシリコン化合物のアルコキシ基やハロゲン原子などが加水分解して平均的一般式(VII)で表されるシリコン化合物になり、シリコン化ペプチドの水酸基と平均的一般式(VII)で表されるシリコン化合物の水酸基が縮重合して縮重合組成物が得られる。

【0024】加水分解反応は、一般にpH2~3で進行するが、平均的一般式(IV)で表されるシリコン化ペプチドによっては酸性側で不溶物が生じやすいものがあり、その際にはpH10~11で行うのが望ましい。平均的一般式(VI)で表されるシリコン化合物としてアルコキシシラン化合物を用いる時はpH調整は該シリコン化合物の滴下前のみでよいが、平均的一般式(VI)で表されるシリコン化合物としてはハロゲン化シラン化合物を用いて塩基性側で反応する場合は反応中にpHが下がるので、水酸化ナトリウムや水酸化カリウム水溶液などを添加してpHを10~11に保つ必要がある。

【0025】反応温度は低すぎると反応が進行しにくく、高すぎると上記平均的一般式(VI)で表されるシリコン化合物のアルコキシ基やハロゲン原子が急激に加水分解するので、20~100℃、好ましくは30~70℃である。また、反応時間は、反応量によっても異なるが、平均的一般式(VI)で表されるシリコン化合物を15分~3時間かけて滴下し、その後、1~20時間

40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90 95 100 105 110 115 120 125 130 135 140 145 150 155 160 165 170 175 180 185 190 195 200 205 210 215 220 225 230 235 240 245 250 255 260 265 270 275 280 285 290 295 300 305 310 315 320 325 330 335 340 345 350 355 360 365 370 375 380 385 390 395 400 405 410 415 420 425 430 435 440 445 450 455 460 465 470 475 480 485 490 495 500 505 510 515 520 525 530 535 540 545 550 555 560 565 570 575 580 585 590 595 600 605 610 615 620 625 630 635 640 645 650 655 660 665 670 675 680 685 690 695 700 705 710 715 720 725 730 735 740 745 750 755 760 765 770 775 780 785 790 795 800 805 810 815 820 825 830 835 840 845 850 855 860 865 870 875 880 885 890 895 900 905 910 915 920 925 930 935 940 945 950 955 960 965 970 975 980 985 990 995 1000 1005 1010 1015 1020 1025 1030 1035 1040 1045 1050 1055 1060 1065 1070 1075 1080 1085 1090 1095 1100 1105 1110 1115 1120 1125 1130 1135 1140 1145 1150 1155 1160 1165 1170 1175 1180 1185 1190 1195 1200 1205 1210 1215 1220 1225 1230 1235 1240 1245 1250 1255 1260 1265 1270 1275 1280 1285 1290 1295 1300 1305 1310 1315 1320 1325 1330 1335 1340 1345 1350 1355 1360 1365 1370 1375 1380 1385 1390 1395 1400 1405 1410 1415 1420 1425 1430 1435 1440 1445 1450 1455 1460 1465 1470 1475 1480 1485 1490 1495 1500 1505 1510 1515 1520 1525 1530 1535 1540 1545 1550 1555 1560 1565 1570 1575 1580 1585 1590 1595 1600 1605 1610 1615 1620 1625 1630 1635 1640 1645 1650 1655 1660 1665 1670 1675 1680 1685 1690 1695 1700 1705 1710 1715 1720 1725 1730 1735 1740 1745 1750 1755 1760 1765 1770 1775 1780 1785 1790 1795 1800 1805 1810 1815 1820 1825 1830 1835 1840 1845 1850 1855 1860 1865 1870 1875 1880 1885 1890 1895 1900 1905 1910 1915 1920 1925 1930 1935 1940 1945 1950 1955 1960 1965 1970 1975 1980 1985 1990 1995 2000 2005 2010 2015 2020 2025 2030 2035 2040 2045 2050 2055 2060 2065 2070 2075 2080 2085 2090 2095 2100 2105 2110 2115 2120 2125 2130 2135 2140 2145 2150 2155 2160 2165 2170 2175 2180 2185 2190 2195 2200 2205 2210 2215 2220 2225 2230 2235 2240 2245 2250 2255 2260 2265 2270 2275 2280 2285 2290 2295 2300 2305 2310 2315 2320 2325 2330 2335 2340 2345 2350 2355 2360 2365 2370 2375 2380 2385 2390 2395 2400 2405 2410 2415 2420 2425 2430 2435 2440 2445 2450 2455 2460 2465 2470 2475 2480 2485 2490 2495 2500 2505 2510 2515 2520 2525 2530 2535 2540 2545 2550 2555 2560 2565 2570 2575 2580 2585 2590 2595 2600 2605 2610 2615 2620 2625 2630 2635 2640 2645 2650 2655 2660 2665 2670 2675 2680 2685 2690 2695 2700 2705 2710 2715 2720 2725 2730 2735 2740 2745 2750 2755 2760 2765 2770 2775 2780 2785 2790 2795 2800 2805 2810 2815 2820 2825 2830 2835 2840 2845 2850 2855 2860 2865 2870 2875 2880 2885 2890 2895 2900 2905 2910 2915 2920 2925 2930 2935 2940 2945 2950 2955 2960 2965 2970 2975 2980 2985 2990 2995 3000 3005 3010 3015 3020 3025 3030 3035 3040 3045 3050 3055 3060 3065 3070 3075 3080 3085 3090 3095 3100 3105 3110 3115 3120 3125 3130 3135 3140 3145 3150 3155 3160 3165 3170 3175 3180 3185 3190 3195 3200 3205 3210 3215 3220 3225 3230 3235 3240 3245 3250 3255 3260 3265 3270 3275 3280 3285 3290 3295 3300 3305 3310 3315 3320 3325 3330 3335 3340 3345 3350 3355 3360 3365 3370 3375 3380 3385 3390 3395 3400 3405 3410 3415 3420 3425 3430 3435 3440 3445 3450 3455 3460 3465 3470 3475 3480 3485 3490 3495 3500 3505 3510 3515 3520 3525 3530 3535 3540 3545 3550 3555 3560 3565 3570 3575 3580 3585 3590 3595 3600 3605 3610 3615 3620 3625 3630 3635 3640 3645 3650 3655 3660 3665 3670 3675 3680 3685 3690 3695 3700 3705 3710 3715 3720 3725 3730 3735 3740 3745 3750 3755 3760 3765 3770 3775 3780 3785 3790 3795 3800 3805 3810 3815 3820 3825 3830 3835 3840 3845 3850 3855 3860 3865 3870 3875 3880 3885 3890 3895 3900 3905 3910 3915 3920 3925 3930 3935 3940 3945 3950 3955 3960 3965 3970 3975 3980 3985 3990 3995 4000 4005 4010 4015 4020 4025 4030 4035 4040 4045 4050 4055 4060 4065 4070 4075 4080 4085 4090 4095 4100 4105 4110 4115 4120 4125 4130 4135 4140 4145 4150 4155 4160 4165 4170 4175 4180 4185 4190 4195 4200 4205 4210 4215 4220 4225 4230 4235 4240 4245 4250 4255 4260 4265 4270 4275 4280 4285 4290 4295 4300 4305 4310 4315 4320 4325 4330 4335 4340 4345 4350 4355 4360 4365 4370 4375 4380 4385 4390 4395 4400 4405 4410 4415 4420 4425 4430 4435 4440 4445 4450 4455 4460 4465 4470 4475 4480 4485 4490 4495 4500 4505 4510 4515 4520 4525 4530 4535 4540 4545 4550 4555 4560 4565 4570 4575 4580 4585 4590 4595 4600 4605 4610 4615 4620 4625 4630 4635 4640 4645 4650 4655 4660 4665 4670 4675 4680 4685 4690 4695 4700 4705 4710 4715 4720 4725 4730 4735 4740 4745 4750 4755 4760 4765 4770 4775 4780 4785 4790 4795 4800 4805 4810 4815 4820 4825 4830 4835 4840 4845 4850 4855 4860 4865 4870 4875 4880 4885 4890 4895 4900 4905 4910 4915 4920 4925 4930 4935 4940 4945 4950 4955 4960 4965 4970 4975 4980 4985 4990 4995 5000 5005 5010 5015 5020 5025 5030 5035 5040 5045 5050 5055 5060 5065 5070 5075 5080 5085 5090 5095 5100 5105 5110 5115 5120 5125 5130 5135 5140 5145 5150 5155 5160 5165 5170 5175 5180 5185 5190 5195 5200 5205 5210 5215 5220 5225 5230 5235 5240 5245 5250 5255 5260 5265 5270 5275 5280 5285 5290 5295 5300 5305 5310 5315 5320 5325 5330 5335 5340 5345 5350 5355 5360 5365 5370 5375 5380 5385 5390 5395 5400 5405 5410 5415 5420 5425 5430 5435 5440 5445 5450 5455 5460 5465 5470 5475 5480 5485 5490 5495 5500 5505 5510 5515 5520 5525 5530 5535 5540 5545 5550 5555 5560 5565 5570 5575 5580 5585 5590 5595 5600 5605 5610 5615 5620 5625 5630 5635 5640 5645 5650 5655 5660 5665 5670 5675 5680 5685 5690 5695 5700 5705 5710 5715 5720 5725 5730 5735 5740 5745 5750 5755 5760 5765 5770 5775 5780 5785 5790 5795 5800 5805 5810 5815 5820 5825 5830 5835 5840 5845 5850 5855 5860 5865 5870 5875 5880 5885 5890 5895 5900 5905 5910 5915 5920 5925 5930 5935 5940 5945 5950 5955 5960 5965 5970 5975 5980 5985 5990 5995 6000 6005 6010 6015 6020 6025 6030 6035 6040 6045 6050 6055 6060 6065 6070 6075 6080 6085 6090 6095 6100 6105 6110 6115 6120 6125 6130 6135 6140 6145 6150 6155 6160 6165 6170 6175 6180 6185 6190 6195 6200 6205 6210 6215 6220 6225 6230 6235 6240 6245 6250 6255 6260 6265 6270 6275 6280 6285 6290 6295 6300 6305 6310 6315 6320 6325 6330 6335 6340 6345 6350 6355 6360 6365 6370 6375 6380 6385 6390 6395 6400 6405 6410 6415 6420 6425 6430 6435 6440 6445 6450 6455 6460 6465 6470 6475 6480 6485 6490 6495 6500 6505 6510 6515 6520 6525 6530 6535 6540 6545 6550 6555 6560 6565 6570 6575 6580 6585 6590 6595 6600 6605 6610 6615 6620 6625 6630 6635 6640 6645 6650 6655 6660 6665 6670 6675 6680 6685 6690 6695 6700 6705 6710 6715 6720 6725 6730 6735 6740 6745 6750 6755 6760 6765 6770 6775 6780 6785 6790 6795 6800 6805 6810 6815 6820 6825 6830 6835 6840 6845 6850 6855 6860 6865 6870 6875 6880 6885 6890 6895 6900 6905 6910 6915 6920 6925 6930 6935 6940 6945 6950 6955 6960 6965 6970 6975 6980 6985 6990 6995 7000 7005 7010 7015 7020 7025 7030 7035 7040 7045 7050 7055 7060 7065 7070 7075 7080 7085 7090 7095 7100 7105 7110 7115 7120 7125 7130 7135 7140 7145 7150 7155 7160 7165 7170 7175 7180 7185 7190 7195 7200 7205 7210 7215 7220 7225 7230 7235 7240 7245 7250 7255 7260 7265 7270 7275 7280 7285 7290 7295 7300 7305 7310 7315 7320 7325 7330 7335 7340 7345 7350 7355 7360 7365 7370 7375 7380 7385 7390 7395 7400 7405 7410 7415 7420 7425 7430 7435 7440 7445 7450 7455 7460 7465 7470 7475 7480 7485 7490 7495 7500 7505 7510 7515 7520 7525 7530 7535 7540 7545 7550 7555 7560 7565 7570 7575 7580 7585 7590 7595 7600 7605 7610 7615 7620 7625 7630 7635 7640 7645 7650 7655 7660 7665 7670 7675 7680 7685 7690 7695 7700 7705 7710 7715 7720 7725 7730 7735 7740 7745 7750 7755 7760 7765 7770 7775 7780 7785 7790 7795 7800 7805 7810 7815 7820 7825 7830 7835 7840 7845 7850 7855 7860 7865 7870 7875 7880 7885 7890 7895 7900 7905 7910 7915 7920 7925 7930 7935 7940 7945 7950 7955 7960 7965 7970 7975 7980 7985 7990 7995 8000 8005 8010 8015 8020 8025 8030 8035 8040 8045 8050 8055 8060 8065 8070 8075 8080 8085 8090 8095 8100 8105 8110 8115 8120 8125 8130 8135 8140 8145 8150 8155 8160 8165 8170 8175 8180 8185 8190 8195 8200 8205 8210 8215 8220 8225 8230 8235 8240 8245 8250 8255 8260 8265 8270 8275 8280 8285 8290 8295 8300 8305 8310 8315 8320 8325 8330 8335 8340 8345 8350 8355 8360 8365 8370 8375 8380 8385 8390 8395 8400 8405 8410 8415 8420 8425 8430 8435 8440 8445 8450 8455 8460 8465 8470 8475 8480 8485 8490 8495 8500 8505 8510 8515 8520 8525 8530 8535 8540 8545 8550 8555 8560 8565 8570 8575 8580 8585 8590 8595 8600 8605 8610 8615 8620 8625 8630 8635 8640 8645 8650 8655 8660 8665 8670 8675 8680 8685 8690 8695 8700 8705 8710 8715 8720 8725 8730 8735 8740 8745 8750 8755 8760 8765 8770 8775 8780 8785 8790 8795 8800 8805 8810 8815 8820 8825 8830 8835 8840 8845 8850 8855 8860 8865 8870 8875 8880 8885 8890 8895 8900 8905 8910 8915 8920 8925 8930 8935 8940 8945 8950 8955 8960 8965 8970 8975 8980 8985 8990 8995 9000 9005 9010 9015 9020 9025 9030 9035 9040 9045 9050 9055 9060 9065 9070 9075 9080 9085 9090 9095 9100 9105 9110 9115 9120 9125 9130 9135 9140 9145 9150 9155 9160 9165 9170 9175 9180 9185 9190 9195 9200 9205 9210 9215 9220 9225 9230 9235 9240 9245 9250 9255 9260 9265 9270 9275 9280 9285 9290 9295 9300 9305 9310 9315 9320 9325 9330 9335 9340 9345 9350 9355 9360 9365 9370 9375 9380 9385 9390 9395 9400 9405 9410 9415 9420 9425 9430 9435 9440 9445 9450 9455 9460 9465 9470 9475 9480 9485 9490 9495 9500 9505 9510 9515 9520 9525 9530 9535 9540 9545 9550 9555 9560 9565 9570 9575 9580 9585 9590 9595 9600 9605 9610 9615 9620 9625 9630 9635 9640 9645 9650 9655 9660 9665 9670 9675 9680 9685 9690 9695 9700 9705 9710 9715 9720 9725 9730 9735 9740 9745 9750 9755 9760 9765 9770 9775 9780 9785 9790 9795 9800 9805 9810 9815 9820 9825 9830 9835 9840 9845 9850 9855 9860 9865 9870 9875 9880 9885 9890 9895 9900 9905 9910 9915 9920 9925 9930 9935 9940 9945 9950 9955 9960 9965 9970 9975 9980 9985 9990 9995 10000 10005 10010 10015 10020 10025 10030 10035 10040 10045 10050 10055 10060 10065 10070 10075 10080 10085 10090 10095 10100 10105 10110 10115 10120 10125 10130 10135 10140 10145 10150 10155 10160 10165 10170 10175 10180 10185 10190 10195 10200 10205 10210 10215 10220 10225 10230 10235 10240 10245 10250 10255 10260 10265 10270 10275 10280 10285 10290 10295 10300 10305 10310 10315 10320 10325 10330 10335 10340 10345 10350 10355 10360 10365 10370 10375 10380 10385 10390 10395 10400 10405 10410 10415 10420 10425 10430 10435 10440 10445 10450 10455 10460 10465 10470 10475 10480 10485 10490 10495 10500 10505 10510 10515 10520 10525 10530 10535 10540 10545 10550 10555 10560 10565 10570 10575 10580 10585 10590 10595 10600 10605 10610 10615 10620 10625 10630 10635 10640 10645 10650 10655 10660 10665 10670 10675 10680 10685 10690 10695 10700 10705 10710 10715 10720 10725 10730 10735 10740 10745 10750 10755 10760 10765 10770 10775 10780 10785 10790 10795 10800 10805 10810 10815 10820 10825 10830 10835 10840 10845 10850 10855 10860 10865 10870 10875 10880 10885 10890 10895 10900 10905 10910 10915 10920 10925 10930 10935 10940 10945 10950 10955 10960 10965 10970 10975 10980 10985 10990 10995 11000 11005 11010 11015 11020 11025 11030 11035 11040 11045 11050 11055 11060 11065 11070 11075 11080 11085 11090 11095 11100 11105 11110 11115 11120 11125 11130 11135 11140 11145 11150 11155 11160 11165 11170 11175 11180 11185 11190 11195 11200 11205 11210 11215 11220 11225 11230 11235 11240 11245 11250 11255 11260 11265 11270 11275 11280 11285 11290 11295 11300 11305 11310 11315 11320 11325 11330 11335 11340 11345 11350 11355 11360 11365 11370 11375 11380 11385 11390 11395 11400 11405 11410 11415 11420 11425 114

仕込み比をコントロールすること、及び反応温度、反応時間をコントロールしながら、例えばゲル透過分析(GPC分析)を行いながら確認する。例えば、反応温度は、20~100℃、好ましくは30~70℃であるが、反応温度が20℃より低いと反応速度が低くなり、一方、100℃を越えると縮重合が進みすぎコントロールしにくくなる。反応時間は、仕込量によって異なるので、分析値を参考にしながら決定する。

【0031】本発明の毛髪化粧料には、例えば、ヘアリンス、ヘアトリートメント剤、ヘアコンディショナー、ヘアクリーム、枝毛コート、枝毛防止化粧品、シャンプー、ヘアムース、毛髪セット剤、ヘアブローローション、パーマメントウエーブ用剤、ヘアブリーチなどが含まれる。本発明の毛髪化粧料は、従来の毛髪化粧料にシリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物を含有させることによって構成されるが、シリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物は単独で用いてもよいし、また2種以上を併用してもよい。

【0032】本発明の毛髪化粧料におけるシリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物の含有量(毛髪化粧料への配合量)としては、洗い流すタイプや洗い流さないタイプなどの毛髪化粧料の種類によっても異なるが、0.01~20重量%が好ましく、0.1~10重量%がより好ましい。すなわち、シリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物の配合量が上記範囲以下であると毛髪になめらかさや潤いを付与することができず、逆に、シリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物の配合量が上記範囲以上になっても、配合量の増加に見合うなめらかさや保湿感の付与作用の増加が認められないおそれがあるからである。

【0033】本発明の毛髪化粧料は、上記のようにシリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物を必須成分として調製されるが、シリコーン化ペプチド-ポリシロキサン化合物共重合組成物の特性を損なわない範囲で、適宜他の成分を配合することができる。

【0034】そのような成分としては、例えば、オリブ油、マカデミアナッツ油、ホホバ油、スクワラン、流動パラフィン、トリ2-エチルヘキサン酸グリセロール、ラノリン、ジメチルポリシロキサンなどの油性原料、石けん、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アシルグルタミン酸塩などのアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリグリセリン脂肪酸エステルなどの非イオン性界面活性剤、テトラアルキルアンモニウム塩などのカチオン性界面活性剤、脂肪酸アミドプロピルベタインなどの両性界面活性剤、カチオン化セルロースなどのカチオン性ポリマー、両性ポリマー、カルボキシビニルポリマーなどのアニオン性ポリマー、キサンタンガムなどの増粘剤、動植物抽出物、多糖類またはその誘導体、加水分解タンパク質や

その誘導体、グリセリンなどの保湿剤、低級アルコール類、高級アルコール類、アミノ酸類、リン脂質、セラミド類、各種染料や顔料、防腐剤、キレート剤、香料などが挙げられる。

【0035】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明をより具体的に説明する。ただし、本発明はそれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、実施例に先立ち、実施例で使用するシリコーン化ペプチド-ポリシロキサン共重合体及び比較例で使用するコラーゲン-シリコン共重合体の製造方法を示す。また、以下の参考製造例、比較製造例、実施例、比較例などにおいて溶液や分散液の濃度を示す%は重量%である。また、以下の参考製造例や比較製造例での共重合体組成物の名称は、便宜上、出発原料の名称を用いることとする。

【0036】〔参考製造例1〕

シリコーン化加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン〔3:1(モル比)〕共重合体組成物の製造

攪拌装置、冷却管を備えた2Lの三口フラスコに、加水分解コラーゲン(コラーゲンの加水分解物で、数平均分子量600)の30%水溶液600g(アミノ態窒素の測定によって得られた化学量論的モル数として0.3モル)に20%水酸化ナトリウム水溶液を滴下してpHを9.0にし、45℃に加温した。

【0037】一方、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン83.4g(加水分解コラーゲンのアミノ態窒素量に対し1当量)を水に15%水溶液となるように溶解し、希塩酸でpHを3.5に調整して約50℃で15分間攪拌を続け、エトキシ基を加水分解して水酸基に変換させた。

【0038】上記の加水分解コラーゲン溶液を約45℃で攪拌しながら、その中に、水酸基に変換した上記シリコーン化合物を約30分かけて滴下した。滴下終了後、約45℃で更に7時間攪拌を続け反応を完結させた。

【0039】反応終了後、アミノ態窒素を測定することによりシリル官能基の加水分解コラーゲンのアミノ態窒素への導入率を求めたところ、シリル官能基の導入率は(57)%であった。反応液を希塩酸で中和した後、電気透析装置で脱塩し、pHを6.3に調整した後、濃度調整を行うことにより反応生成物(シリコーン化加水分解コラーゲン)濃度が20%の水溶液1191gを得た。

【0040】このようにして得られたシリコーン化加水分解コラーゲンの10%水溶液1191gを、攪拌装置、冷却管を備えた2Lの三口フラスコに入れ、18%塩酸を加えてpHを3に調整し、約50℃で攪拌した。この中に、ジメチルジエトキシシラン(信越化学社製、KBE-22(商品名))7.4gを2時間かけて滴下し、滴下終了後、約45℃で更に10時間攪拌を行った。次に、20%水酸化ナトリウム水溶液を滴下し、



pHを6に調整し、更に1時間攪拌した。ついで濃度調整を行うことにより、シリコーン化加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン〔3:1(モル比)〕共重合体組成物の20%水分散液を605g得た。そして、ゲル透過分析を行った結果、主成分は $m=3$ 、 $n=1$ 、B1は水酸基、B2は水素原子に合致するものであった。

#### 【0041】〔参考製造例2〕

#### シリコーン化加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン〔3:7(モル比)〕共重合体組成物の製造

加水分解セリシン(セリシンの加水分解物で、数平均分子量800)の30%水溶液667g(アミノ態窒素量の測定によって得られた化学量論的モル数として0.25モル)に20%水酸化ナトリウム水溶液を滴下してpHを9.0にし、45℃に加温した。

【0042】一方、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン62g(加水分解セリシンのアミノ態窒素量に対し1当量)を水に15%水溶液となるように溶解し、希塩酸でpHを3.5に調整して50℃で15分間攪拌を続け、エトキシ基を加水分解して水酸基に変換させた。上記の加水分解セリシン溶液を45℃で攪拌しながら、その中に、水酸基に変換した上記シリコーン化合物を約30分かけて滴下した。滴下終了後、45℃で更に7時間攪拌を続け反応を完結させた。反応終了後、アミノ態窒素を測定することによりシリル官能基の加水分解セリシンのアミノ態窒素への導入率を求めたところ、シリル官能基の導入率は62%であった。反応液を希塩酸で中和した後、電気透析装置で脱塩し、pHを6.3に調整した後、濃度調整を行うことにより反応生成物(シリコーン化加水分解セリシン)濃度が20%の水溶液1240gを得た。

【0043】このようにして得られたシリコーン化加水分解セリシンの10%水溶液893gを攪拌装置、冷却管を備えた2Lの三口フラスコに入れ、18%塩酸を加えpH3に調整し、約50℃で攪拌した。この中に、ジメチルジエトキシシラン〔信越化学社製、KBE-22(商品名)〕31.1gを2時間かけて滴下した。滴下終了後、約45℃で更に10時間攪拌を行った。次に、20%水酸化ナトリウム水溶液を滴下し、pHを6に調整し、更に1時間攪拌した。ついで濃度調整を行い、シリコーン化加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン〔3:7(モル比)〕共重合体組成物の20%水分散液を523g得た。

#### 【0044】〔比較製造例1〕

#### コラーゲン-シリコーン共重合体の製造

特開平5-148119号公報記載の方法に従い、平均分子量5000ダルトンの加水分解コラーゲン(0.004モル)と有機機能シラン0.004モル( $\gamma$ -グリ

シドキシプロピルメチルジエトキシシラン)とを反応させた。反応物のホルモル滴定により測定したプロテインアミノ基の修飾率は約50%で、共重合体のプロテイン含量が約90%であった。ついでこの調製品の濃度調整を行い、コラーゲン-シリコーン共重合体の25%水溶液とし、以下の比較例の試料とした。

#### 【0045】〔比較製造例2〕

#### N-〔2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ〕プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-ヘキシルトリエトキシシラン共重合組成物〔1:30:2(モル比)〕の製造

特開2001-048775公報記載の方法に従い、攪拌装置、冷却管を備えた1Lの三口フラスコに、あらかじめ水270gとN-〔2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ〕プロピル加水分解セリシン(加水分解セリシンの分子量は数平均分子量で約2000)31gと18%塩酸11.3gを入れ、そこへジメチルジエトキシシラン〔信越シリコーン社製、KBE-22(商品名)〕61.2gとヘキシルトリエトキシシラン〔日本ユニカー社製、A-137(商品名)〕7.5gの混合物を約30分かけて滴下した後、約55℃で2時間攪拌した。つぎに、攪拌しながら室温まで冷却し、20%水酸化ナトリウム水溶液11.8gを滴下してpHを約7に調整し、50℃にして約15時間攪拌を続けた。さらに、この反応液を50℃で攪拌しながらトリメチルクロロシラン〔信越シリコーン社製、KA-31(商品名)〕3.0gを加えて1時間攪拌した後、20%水酸化ナトリウム水溶液4.9gを滴下して50℃で約3時間攪拌し、ついで反応液の温度を約80℃に上げて1時間攪拌した。反応後、反応液を減圧濃縮して濃度を調整し、N-〔2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ〕プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-ヘキシルトリエトキシシラン共重合組成物(シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物)の20%水分散液を268g得た。

#### 【0046】実施例1および比較例1A~1B

表1に示す組成のヘアクリームを調製し、それぞれのヘアクリームをシャンプーで洗浄した毛髪に使用して、毛髪の艶、潤い、櫛通り性、セット力(まとまり易さ)を評価した。なお、表1中の各成分の配合量を示す数値の単位は重量部であり、配合量が固形分量でないものについては、成分名の後ろに括弧書きで固形分濃度を示している。そして、これらは以下の表3、表5、表7、表9、表11、表13および表14でも同じである。

#### 【0047】

#### 【表1】



15

16

| ヘアクリーム                                   | 実施例1 | 比較例1A | 比較例1B |
|--|------|-------|-------|
| 参考製造例1で製造したシリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体(20%) | 7.5  | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シリコーン共重合体(25%)          | 0    | 6.0   | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物(20%)    | 0    | 0     | 7.5   |
| 流動パラフィン                                  | 13.0 | 13.0  | 13.0  |
| ミリスチン酸イソプロピル                             | 10.0 | 10.0  | 10.0  |
| カルボキシビニルポリマー                             | 0.1  | 0.1   | 0.1   |
| キサンタンガム                                  | 0.1  | 0.1   | 0.1   |
| グリセリン                                    | 3.0  | 3.0   | 3.0   |
| ポリオキシエチレン(30)硬化ヒマシ油                      | 3.0  | 3.0   | 3.0   |
| 防腐剤                                      | 適量   | 適量    | 適量    |
| グリセリン                                    | 3.0  | 3.0   | 3.0   |
| キレート剤                                    | 適量   | 適量    | 適量    |
| 香料                                       | 適量   | 適量    | 適量    |
| 水酸化ナトリウム                                 | 適量   | 適量    | 適量    |
| 精製水                                      | *    | *     | *     |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

【0048】上記ヘアクリームによる毛髪処理は下記のように行った。長さ15cmで重さ約1gの毛束を3本用意し、それらの毛束を2%のポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄し、水道水の流水中ですすいだ後、ドライヤー(冷風)を用いて乾燥した。それぞれの毛束に上記実施例1、比較例1A及び比較例1Bのヘアクリームを各々0.5g用いて、よく伸ばしながら塗布した。

\*【0049】乾燥後の毛髪の艶、うるおい、櫛通り性、及びセット力(まとまり易さ)を10人のパネラー(女性7名、男性3名)に評価させた。最もよいものに2点、2番目によいものに1点、3番目のものに0点を与えた。これらの結果を表2に示すが、評価値はいずれも平均値である。

【0050】

\* 【表2】

|              | 実施例1 | 比較例1A | 比較例1B |
|--------------|------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の      |      |       |       |
| 艶            | 2.0  | 0.6   | 0.4   |
| 潤い           | 1.9  | 0.7   | 0.4   |
| 櫛通り性         | 1.8  | 0.7   | 0.5   |
| セット力(まとまり易さ) | 2.0  | 0.5   | 0.5   |

【0051】表2に示すように、実施例1のヘアクリーム※50※μで処理した毛髪は、比較例1A、比較例1Bのヘアク

リームで処理した毛髪に比べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性、セット力（まとまり易さ）の評価項目において評価値が高かった。この結果から明らかなように シリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体を含有させた実施例1のヘアクリームは、コラーゲン-シリコン共重合体を含有させた比較例1Aのヘアクリーム及びシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有させた比較例1Bのヘアクリームに比べて、毛髪に艶、潤い\*

\*を付与し、毛髪の櫛通り性、まとまり易さを改善する作用に優れていた。

【0052】実施例2および比較例2A～2B

表3に示すコンディショニングシャンプーを調製し、それぞれのシャンプーで毛束を洗浄し、洗浄後の毛髪の艶、潤い、櫛通り性およびまとまり易さを評価した。

【0053】

【表3】

| コンディショニングシャンプー                            | 実施例2 | 比較例2A | 比較例2B |
|---|------|-------|-------|
| POE (3) ラウリルエーテル硫酸トリエタノールアミン (30%水溶液)     | 8.0  | 8.0   | 8.0   |
| POE (3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム (30%水溶液)          | 25.0 | 25.0  | 25.0  |
| ラウロイルモノエタノールアミド                           | 3.0  | 3.0   | 3.0   |
| ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン (35%水溶液)                | 7.0  | 7.0   | 7.0   |
| 参考製造例2で製造したシリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体 (20%) | 7.5  | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シリコン共重合体 (25%)           | 0    | 6.0   | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物 (20%)    | 0    | 0     | 7.5   |
| ジステアリン酸エチレングリコール                          | 2.0  | 2.0   | 2.0   |
| 香料  | 適量   | 適量    | 適量    |
| 防腐剤                                       | 適量   | 適量    | 適量    |
| キレート剤                                     | 適量   | 適量    | 適量    |
| 精製水                                       | *    | *     | *     |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

【0054】上記コンディショニングシャンプーによる毛髪の処理は下記のように行った。すなわち、長さ15cmで重さ約1gの毛束を3本用意し、それらの毛束を2%のポリオキシエチレン (3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄し、水道水の流水中ですすいだ後、ドライヤー（冷風）を用いて乾燥した。それぞれの毛束に対して上記実施例2、比較例2A及び比較例2Bのコンディショニングシャンプーの2%水溶液を各々100mL用いて洗浄し、水道水の流水中ですすいだ後、ドライヤー（冷風）乾燥した。乾燥後、毛束の艶、潤い、櫛通り性、まとまり易さを10人のパネラー（女性7名、男性3名）に実施例1と同様の評価基準で評価させた。これらの結果を表4に示すが、評価値はいずれも※50

※平均値である。

【0055】

40 【表4】

|         | 実施例2 | 比較例2A | 比較例2B |
|---------|------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の |      |       |       |
| 艶       | 1.9  | 0.7   | 0.4   |
| 潤い      | 1.8  | 0.5   | 0.7   |
| 櫛通り性    | 1.8  | 0.6   | 0.6   |
| まとまり易さ  | 2.0  | 0.6   | 0.4   |

【0056】表4に示すように、実施例2のコンディショニングシャンプーで処理した毛髪は、比較例2A及び比較例2Bのコンディショニングシャンプーで処理した毛髪に比べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性、まとまり易さの評価項目において評価値が高かった。この結果から\*

\*明らかなように、シリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体を含有させた実施例2のコンディショニングシャンプーは、コラーゲン-シリコン共重合体を含有させた比較例2Aのコンディショニングシャンプーやシリル化ペプチド-シリコーン共重合組成物を含有させた比較例2Bのコンディショニングシャンプーに比べて、毛髪に艶、潤いを付与し、毛髪の櫛通り性、まとまり易さを改善する作用に優れていた。

【0057】実施例3および比較例3A~3B

- 10 表5に示す組成のヘアリンスを調製し、それぞれのヘアリンスをシャンプーで洗浄した毛髪に使用して、毛髪の艶、潤い、櫛通り性、セット力（まとまり易さ）を評価した。

【0058】

【表5】

| ヘアリンス                                    | 実施例3 | 比較例3A | 比較例3B |
|--|------|-------|-------|
| 参考製造例2で製造したシリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体（20%） | 1.5  | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シリコン共重合体（25%）           | 0    | 1.2   | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物（20%）    | 0    | 0     | 1.5   |
| 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム                       | 1.5  | 1.5   | 1.5   |
| セタノール                                    | 1.8  | 1.8   | 1.8   |
| ポリオキシエチレン（2）セチルエーテル                      | 2.0  | 2.0   | 2.0   |
| 2-オクチルドデカノール                             | 1.0  | 1.0   | 1.0   |
| プロピレングリコール                               | 4.0  | 4.0   | 4.0   |
| 防腐剤                                      | 適量   | 適量    | 適量    |
| キレート剤                                    | 適量   | 適量    | 適量    |
| 香料                                       | 適量   | 適量    | 適量    |
| 調整水                                      | *    | *     | *     |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

【0059】上記ヘアリンスによる毛髪の処理は下記のように行った。すなわち、長さ15cmで重さ約1gの毛束を3本用意し、それらの毛束を2%のポリオキシエチレン（3）ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄し、水道水の流水中ですすいだ後、ドライヤー（冷風）を用いて乾燥した。上記実施例3、比較例3A及び比較例3Bのヘアリンスを各々1gとりそれぞれの毛束※50

※に塗布しコーミングし均一に付着するようにした。乾燥後、毛束の艶、潤い、櫛通り性、セット力（まとまり易さ）を10人のパネラー（女性7名、男性3名）に実施例1と同様の評価基準で評価させた。これらの結果を表6に示すが、評価値はいずれも平均値である。

【0060】

【表6】

|              | 実施例3 | 比較例3A | 比較例3B |
|--------------|------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の      |      |       |       |
| 艶            | 1.7  | 0.7   | 0.8   |
| 潤い           | 1.8  | 0.7   | 0.5   |
| 櫛通り性         | 1.7  | 0.5   | 0.8   |
| セット力(まとまり易さ) | 1.9  | 0.5   | 0.8   |

【0061】表6に示すように、実施例3のヘアリンスで処理した毛髪は、比較例3A、比較例3Bのリンスで処理した毛髪に比べて、毛髪の艶、潤い、櫛通り性、セット力(まとまり易さ)の評価項目において評価値が高かった。この結果から明らかなように、シリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体を含有させた実施例3のヘアリンスは、コラーゲン-シリコン共重合体を含有させた比較例3Aのリンス、及びシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有させた比較例3Bのヘアリンスに比べて、毛髪に艶、潤いを付与し、毛髪の櫛通り性、まとまり易さを改善する作用に優れていた。\*

\*【0062】実施例4および比較例4A~4B

表7に示す組成の枝毛防止化粧品を調製し、それぞれの枝毛防止化粧品を枝毛を有する毛髪に処理し、枝毛防止効果を評価した。なお、本実施例及び比較例では、シリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体、コラーゲンシリコン共重合体、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は水分を留去したものを試料として用いた。

20 【0063】

【表7】

| 枝毛防止化粧品                             | 実施例4 | 比較例4A | 比較例4B |
|-------------------------------------|------|-------|-------|
| 参考製造例2で製造したシリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体 | 10.0 | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シリコン共重合体           | 0    | 10.0  | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物    | 0    | 0     | 10.0  |
| デカメチルシクロペンタシロキサン                    | 30.0 | 30.0  | 30.0  |
| 軽質流動パラフィン                           | 60.0 | 60.0  | 60.0  |

【0064】上記枝毛防止化粧品による処理は下記のように行った。すなわち、長髪の女性から枝毛を採し、枝毛部分を含み毛先から5cmの長さに切り取った。これらの枝毛毛髪を10本ずつの小さな毛束にし、3束作製した。実施例4、比較例4A及び比較例4Bの枝毛防止化粧品を50mLのビーカーに各々とり、各毛束を約1分※

※浸漬した後、毛束を取り出し、すばやく手で数回しごいた。自然乾燥した後、10時間後の枝毛修復効果(接着)を肉眼で観察した。その結果を表8に示す。

40 【0065】

【表8】

|              | 実施例4 | 比較例4A | 比較例4B |
|--------------|------|-------|-------|
| 枝毛が無くなっている本数 | 9本   | 1本    | 1本    |
| 枝毛が残っている本数   | 1本   | 9本    | 9本    |

【0066】表8に示すように、シリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体を用いた枝毛防止化粧品★50

★の方がコラーゲン-シリコン共重合体を用いた比較例4A、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を用

いた比較例4Bより、枝毛防止作用に優れていることが明らかであった。

【0067】実施例5および比較例5A～5B  
表9に示す組成のヘアフォームを調製し、それぞれのヘ\*

\*アフォームをシャンプーで洗浄した毛髪に使用して、毛髪の艶、潤い、櫛通り性、まとまり易さを評価した。

【0068】

【表9】

| ヘアフォーム                                   | 実施例5 | 比較例5A | 比較例5B |
|--|------|-------|-------|
| (原液処方)                                   |      |       |       |
| 参考製造例2で製造したシリコーン化ポリヘプチド-ポリシロキサン共重合体(20%) | 15.0 | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シリコン共重合体(25%)           | 0    | 12.0  | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ヘプチド-シラン化合物共重合組成物(20%)    | 0    | 0     | 15.0  |
| シリコーン油(ジメチルポリシロキサン)                      | 3.0  | 3.0   | 3.0   |
| ポリオキシエチレン(40)硬化ヒマシ油誘導体                   | 1.0  | 1.0   | 1.0   |
| ジプロピレングリコール                              | 7.0  | 7.0   | 7.0   |
| エチルアルコール                                 | 15.0 | 15.0  | 15.0  |
| 香料                                       | 適量   | 適量    | 適量    |
| 防腐剤                                      | 適量   | 適量    | 適量    |
| 精製水                                      | *    | *     | *     |
| (充填処方)                                   |      |       |       |
| 原液                                       | 90.0 | 90.0  | 90.0  |
| 液化石油ガス                                   | 10.0 | 10.0  | 10.0  |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

【0069】上記ヘアフォームによる毛髪の処理は下記のように行った。すなわち、長さ15cmで重さ約1gの毛束を3本用意し、それらの毛束を2%のポリオキシエチレン(3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄し、水道水の流水中ですすいだ後、ドライヤー(冷風)を用いて乾燥した。上記実施例5と比較例5A及び比較例5Bのヘアフォームを各々約3mLとりそれぞれの毛束に塗布しコーミングし均一に付着するようにした。乾燥後、毛束の艶、潤い、櫛通り性、まとまり易さを10人のパネラー(女性7名、男性3名)に実施例1と同様の評価基準で評価させた。これらの結果を表10に示すが、評価値はいずれも平均値である。

【0070】

【表10】

|         | 実施例5 | 比較例5A | 比較例5B |
|---------|------|-------|-------|
| 処理後の毛髪の |      |       |       |
| 艶       | 1.8  | 0.7   | 0.5   |
| 潤い      | 1.7  | 0.6   | 0.7   |
| 櫛通り性    | 1.9  | 0.6   | 0.5   |
| まとまり易さ  | 1.8  | 0.5   | 0.7   |

【0071】表10に示すように、実施例5のヘアフォームで処理した毛髪は、比較例5A及び比較例5Bのヘアフォームで処理した毛髪に比べて、毛髪の艶、潤い、

櫛通り性、まとまり易さの評価項目において評価値が高

かった。この結果から明らかなように、シリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体を含有させた実施例5のヘアフォームは、コラーゲン-シリコン共重合体(25%)を含有させた比較例5Aのヘアフォーム及びシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有させたヘアフォームに比べて、毛髪に艶、潤いを付与し、毛髪の梳通り性、まとまり易さを改善する作用に優れていた。

【0072】実施例6および比較例6A~6B

\*

\*表11に示すパーマメントウエーブ用1剤を調整し、それぞれのパーマメントウエーブ用第1剤と、6%臭素酸ナトリウム水溶液からなるパーマメントウエーブ用第2剤を用いて毛束にパーマメントウエーブ処理を施し、加熱処理した毛髪と加熱処理しない毛髪の艶、潤い、ウエーブ効率、ウエーブ保持率を調べた。

【0073】

【表11】

| パーマメントウエーブ用第1剤                           | 実施例6 | 比較例6A | 比較例6B |
|--|------|-------|-------|
| 参考製造例1で製造したシリコーン化ポリペプチド-ポリシロキサン共重合体(20%) | 7.5  | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シリコン共重合体(25%)           | 0    | 8.0   | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物(20%)    | 0    | 0     | 7.5   |
| チオグリコール酸アンモニウム(50%)                      | 12.0 | 12.0  | 12.0  |
| 塩化セチルトリメチルアンモニウム                         | 1.0  | 1.0   | 1.0   |
| モノエタノールアミン                               | 1.8  | 1.8   | 1.8   |
| ポリオキシエチレン(15)ラウリルエーテル                    | 0.5  | 0.5   | 0.5   |
| アンモニア水(25%)                              | 1.6  | 1.6   | 1.6   |
| キレート剤                                    | 適量   | 適量    | 適量    |
| 香料                                       | 適量   | 適量    | 適量    |
| 精製水                                      | *    | *     | *     |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

【0074】〔ウエーブ効率およびウエーブ保持率の測定法〕毛髪20本を1束とし、その毛根側を揃えてテープで固定し、長さ25cmに揃える。ロッドには直径10mmで長さ100mmのガラス管を使用し、あらかじめ10mmごとに印をつけておく(反対側にも5mmずつずらして印をつける)。そして、その印の上をるように毛束をロッドに巻き付け、両端を輪ゴムで固定する。その毛束を下記に述べる方法で処理し、乾燥した後、毛先側の輪ゴムをはずし、デシケータ内でロッドを水平に宙吊り状態にして12時間乾燥する。乾燥後、毛束をロッドからはずし、ウエーブ波長および波数を測定し、ついで、毛先側に3gの錘をつけ、毛束を垂直状態にしてデシケータ中で12時間放置する。つぎに、錘を毛束からはずし、毛束を垂直にしてデシケータ中で24※50

※時間放置し、再度ウエーブの波長および波数を測定する。

【0075】波長、波数の測定は、図1に示すように、両端のウエーブを除き、一方の端部から2番目の波の頂点から他方の端部2番目の波の頂点までの距離を左右とも測定する。その左右の波の頂点から頂点までの距離をそれぞれ $L_1$ 、 $L_2$ とし、 $L_1$ と $L_2$ の間にある波の数を $n_1$ 、 $n_2$ とし、平均波長( $L$ )を下記の式によって求める。

【0076】

$$\text{平均波長}(L) = \frac{L_1 + L_2}{n_1 + n_2}$$

【0077】ロッドに巻き付けた時の波長は10mmで

あるから、ウェーブ効率は次式により求められる。

【0078】

$$\text{ウェーブ効率 (\%)} = \frac{10}{L} \times 100$$

【0079】また、セット処理後のウェーブ効率と、髪\*

回復後のウェーブ効率

$$\text{ウェーブ保持率 (\%)} = \frac{\text{回復後のウェーブ効率}}{\text{ウェーブ処理後のウェーブ効率}} \times 100$$

【0081】上記パーマメントウェーブ用第1剤の毛髪  
の処理は下記のように行った。すなわち、長さ25cm  
で重さ約1.5gの毛束を6束用意し、2%のポリオキ  
シエチレン(3)ラウリルエーテル水溶液で洗浄し、水  
ですすいで室温で風乾し、それらをそれぞれロッドに巻  
き付けた。そのロッドに巻き付けた毛束を3群に分け、  
各々の群に実施例6、比較例6A及び比較例6Bのパー  
マメントウェーブ用第1剤をそれぞれ2mLずつ塗布  
し、それらの毛束をラップで覆い、15分間放置後、流  
水で静かに約10秒洗浄し、次いでパーマメントウェー  
ブ用第2剤(6%臭素酸ナトリウム水溶液)を2mLず  
つ塗布し、ラップで覆い、15分間放置した後、流水中  
で30秒間静かに洗浄した。洗浄後の毛束のうち、実施  
例6、比較例6A及び比較例6B処理の毛束を1束ずつ  
90℃の熱風乾燥機で乾燥した。同様に残りの実施例  
6、比較例6A及び比較例6B処理の毛束を1束ずつ3※

\*をはずして24時間放置してウェーブが回復した後のウ  
ェーブ効率の比から、次式に示すように、ウェーブ保持  
率が求められる。

【0080】

10※6℃の恒温槽で乾燥した。乾燥後の毛束をロッドからは  
ずし、前記ウェーブ効率およびウェーブ保持率を求め  
た。つぎに、毛髪の艶、潤いを10人のパネラーに下記  
の評価基準で評価させた。

【0082】評価基準

|       |   |
|-------|---|
| 非常に良い | 5 |
| 良い    | 4 |
| 普通    | 3 |
| 悪い    | 2 |
| 非常に悪い | 1 |

20 【0083】官能評価の結果およびウェーブ効率、ウェ  
ーブ保持率の結果を表12に示すが、官能評価値は10  
人の平均値である。

【0084】

【表12】

|              | 実施例6 |      | 比較例6A |      | 比較例6B |      |
|--------------|------|------|-------|------|-------|------|
| 加熱処理         | なし   | あり   | なし    | あり   | なし    | あり   |
| 処理後の毛髪の<br>艶 | 4.2  | 4.6  | 3.0   | 3.4  | 3.0   | 3.6  |
| 潤い           | 4.2  | 4.0  | 3.0   | 2.8  | 2.6   | 2.4  |
| ウェーブ効率 (%)   | 69.5 | 78.0 | 64.8  | 67.2 | 60.2  | 62.5 |
| ウェーブ保持率 (%)  | 68.4 | 79.2 | 63.5  | 64.7 | 57.6  | 59.8 |

【0085】表12に示すように、シリコーン化ペプチ  
ドーポリシロキサン共重合体を含有するパーマメントウ  
ェーブ用第1剤を使用して90℃で加熱処理した実施例  
6の毛髪は、同じパーマメントウェーブ用第1剤を使用  
して36℃で乾燥した毛髪に比べて、毛髪の艶、潤いの  
いずれも評価値が高く、加熱処理によってシリコーン化  
ペプチドーポリシロキサン共重合体の有する毛髪への  
艶、潤いの付与作用が高められることが明らかになっ  
た。また、シリコーン化ペプチドーポリシロキサン共重  
合体に代えてコラーゲン-シリコン共重合体を含有する  
比較例6Aのパーマメントウェーブ用第1剤やシリル化★50

40★ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有する比較例

6Bのパーマメントウェーブ用第1剤を使用した場合  
は、90℃で加熱処理した場合と、36℃で乾燥した場  
合との間で毛髪への艶、潤いの付与作用に関して大差が  
認められず、実施例6に比べて評価値が低かった。

【0086】また、実施例6の毛束は、比較例の毛束に  
比べて、ウェーブ効率が高く、ウェーブ保持率も高いこ  
とから、シリコーン化ペプチドーポリシロキサン共重合  
体を含有するパーマメントウェーブ用第1剤を使用し、  
かつ加熱処理すると毛髪にウェーブがかかり、ウェーブ  
の持続性がよいことが明らかになった。



【0087】実施例7および比較例7A～7B  
表13に示す組成の酸化型染毛剤第1剤を調製し、毛髪  
を染毛後、毛髪の艶、潤い、櫛通り性を評価した。 \*

\*【0088】  
【表13】

| 酸化型染毛剤の第1剤                                     | 実施例7 | 比較例7A | 比較例7B |
|--|------|-------|-------|
| 参考製造例2で製造したシリコーン化ペ<br>プチド-ポリシロキサン共重合体(20<br>%) | 15.0 | 0     | 0     |
| 比較製造例1で製造したコラーゲン-シ<br>リコン共重合体(25%)             | 0    | 12.0  | 0     |
| 比較製造例2で製造したシリル化ペプチ<br>ド-シラン化合物共重合組成物(20%)      | 0    | 0     | 15.0  |
| p-フェニレンジアミン                                    | 3.0  | 3.0   | 3.0   |
| p-アミノフェノール                                     | 0.2  | 0.2   | 0.2   |
| o-アミノフェノール                                     | 0.1  | 0.1   | 0.1   |
| レゾルシン  | 0.5  | 0.5   | 0.5   |
| イソプロピルアルコール                                    | 10.0 | 10.0  | 10.0  |
| オレイン酸  | 20.0 | 20.0  | 20.0  |
| アンモニア水(28%)                                    | 10.0 | 10.0  | 10.0  |
| 亜硫酸ナトリウム                                       | 0.1  | 0.1   | 0.1   |
| ポリオキシエチレン(10)オレイルエ<br>ーテル                      | 15.0 | 15.0  | 15.0  |
| キレート剤  | 適量   | 適量    | 適量    |
| 酸化防止剤  | 適量   | 適量    | 適量    |
| 精製水  | *    | *     | *     |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

【0089】酸化型染毛剤第2剤は実施例7および比較  
例7A～7Bに共通で、表14に示す通りである。

【0090】

【表14】

| 酸化型染毛剤第2剤                 |      |
|---------------------------|------|
| ステアリン酸                    | 1.0  |
| モノステアリン酸グリセリン             | 1.5  |
| ポリオキシエチレン(10)オレイルエ<br>ーテル | 1.0  |
| 過酸化水素水(35%)               | 15.0 |
| 精製水                       | *    |

\*組成の合計を100重量%とするために必要な量

※【0091】上記酸化型染毛料による毛髪の処理は下記  
のように行った。すなわち、長さ15cmで重さ1gの  
毛束を3本用意し、それらの毛束を2%のポリオキシエ  
チレン(3)ラウリルエーテル水溶液で洗浄し、水です  
すいで室温で風乾し、上記第1剤と第2剤を同量ずつ混  
合した酸化染毛剤2gを毛束に均一に塗布した後、30  
分間放置し、お湯ですすぎ、ついで2%のポリオキシエ  
チレン(3)ラウリルエーテル水溶液で洗浄し、さらに  
水道水の流水中ですすぐ。その後、ヘアドライヤーにて  
乾燥し、乾燥後、実施例7、比較例7A及び比較例7B  
の毛髪の艶、潤い、櫛通り性を10人のパネラーに実施  
例6と同様の評価基準で評価させた。評価の結果を表1  
5に示すが、評価値は10人の平均値である。

【0092】

【表15】

|         | 実施例 7 | 比較例 7A | 比較例 7B |
|---------|-------|--------|--------|
| 染毛後の毛髪の |       |        |        |
| 潤い      | 3.6   | 2.8    | 2.5    |
| 艶       | 4.8   | 2.9    | 2.4    |
| 櫛通り性    | 4.6   | 2.7    | 3.0    |

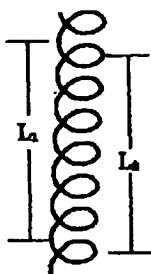
ドーポリシロキサン共重合体を含有する実施例7の酸化型染毛剤で処理した毛髪は、コラーゲン-シリコン共重合体を含有する比較例7Aやシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有する比較例7Bの酸化型染毛剤で処理した毛髪に比べて、毛髪の潤い、艶、櫛通り性とも評価値が高かった。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例6、比較例6A及び比較例6Bにおけるパーマメントウェーブ処理後の毛髪の状態を示す模式図

【0093】表15に示すように、シリコン化ペプチド 10 である。

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AB032 AB082 AB352 AB412  
AC012 AC022 AC072 AC092  
AC102 AC122 AC182 AC252  
AC352 AC392 AC422 AC432  
AC472 AC542 AC552 AC642  
AC692 AC712 AC772 AC782  
AD092 AD152 AD172 AD352  
AD411 AD412 CC31 CC33  
CC34 CC36 CC38 CC39 DD08  
DD23 DD27